

X)

**GALLIUM PHTHALOCYANINE COMPOUND AND ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR CONTAINING THE SAME****Publication number:** JP1221459**Publication date:** 1989-09-04**Inventor:** ENOKIDA TOSHIO**Applicant:** TOYO INK MFG CO**Classification:****- international:** **G03G5/06; G03G5/06;** (IPC1-7): C09B47/04; G03G5/06**- european:** G03G5/06H6**Application number:** JP19880045658 19880226**Priority number(s):** JP19880045658 19880226**Report a data error here****Abstract of JP1221459**

**PURPOSE:**To obtain an electrophotographic photoreceptor having degradation resistance, plate durability and image stability in addition to excellent photosensitivity and wavelength characteristics in long-term repeated use, by using a gallium phthalocyanine compound having specified X-ray diffraction peaks. **CONSTITUTION:**This electrophotographic photoreceptor excellent in photosensitivity and wavelength characteristics is obtained from a gallium phthalocyanine compound which can give an X-ray diffraction pattern having X-ray diffraction peaks in any of the following positions and characteristic A-D: (A) Bragg angles ( $2\theta \pm 0.2^\circ$ ) of 6.7 deg., 15.2 deg., 20.5 deg. and 27.0 deg., (B) Bragg angles of 6.7 deg., 13.7 deg., 16.3 deg., 20.9 deg. and 26.3 deg., (C) Bragg angles of 7.5 deg., 9.5 deg., 11.0 deg., 13.5 deg., 19.1 deg., 20.3 deg., 21.8 deg., 25.8 deg., 27.1 deg. and 33.0 deg. and (D) an intense X-ray diffraction peak appears at 27.1 deg., and the strength of the peak except one at 27.1 deg. is at most 10% of one at 27.1 deg. and a binder polymer.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**This Page Blank (uspto)**

X)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-221459

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)9月4日

C 09 B 47/04  
G 03 G 5/06

3 7 1

7537-4H  
6906-2H

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全9頁)

⑭ 発明の名称 ガリウムフタロシアニン化合物およびそれを用いた電子写真感光体

⑰ 特 願 昭63-45658

⑱ 出 願 昭63(1988)2月26日

⑲ 発 明 者 榎 田 年 男 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

⑳ 出 願 人 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号  
社

## 明 細 書

1. 発明の名称 ガリウムフタロシアニン化合物および  
それを用いた電子写真感光体

2. 特許請求の範囲

1. X線回折図において、ブラッグ角度( $2\theta \pm 0.2^\circ$ )の(a)  $6.7^\circ$ ,  $15.2^\circ$ ,  $20.5^\circ$ および $27.0^\circ$ (b)  $6.7^\circ$ ,  $13.7^\circ$ ,  $16.3^\circ$ ,  $20.9^\circ$ および $26.3^\circ$ (c)  $7.5^\circ$ ,  $9.5^\circ$ ,  $11.0^\circ$ ,  $13.5^\circ$ ,  $19.1^\circ$ ,  $20.3^\circ$ ,  $21.8^\circ$ ,  $25.8^\circ$ ,  $27.1^\circ$ および $33.0^\circ$ (d)  $27.1^\circ$ の位置に強いX線回折ピークを有し、 $27.1^\circ$ 以外のピーク強度が $27.1^\circ$ のX線回折ピーク強度の10%以下である

(a) ~ (d) いずれかの位置または特徴を持つX線回折ピークを有するガリウムフタロシアニン化合物。

2. 導電性支持体上に、電荷発生剤および電荷移動剤を使用してなる電子写真感光体において、電荷発

生剤がX線回折図において、ブラッグ角度の

(a)  $6.7^\circ$ ,  $15.2^\circ$ ,  $20.5^\circ$ および $27.0^\circ$ (b)  $6.7^\circ$ ,  $13.7^\circ$ ,  $16.3^\circ$ ,  $20.9^\circ$ および $26.3^\circ$ (c)  $7.5^\circ$ ,  $9.5^\circ$ ,  $11.0^\circ$ ,  $13.5^\circ$ ,  $19.1^\circ$ ,  $20.3^\circ$ ,  $21.8^\circ$ ,  $25.8^\circ$ ,  $27.1^\circ$ および $33.0^\circ$ (d)  $27.1^\circ$ の位置に強いX線回折ピークを有し、 $27.1^\circ$ 以外のピーク強度が $27.1^\circ$ のX線回折ピーク強度の10%以下である

(a) ~ (d) いずれかの位置または特徴を持つX線回折ピークを有するガリウムフタロシアニン化合物の一種または二種以上の混合物であることを特徴とする電子写真感光体。

3. 導電性支持体上に、電荷発生層および電荷移動層を積層してなる電子写真感光体において、電荷発生層が請求項1記載のガリウムフタロシアニン化合物とバインダーポリマーとにより形成される機能分離型電子写真感光体。

4. 導電性支持体上に、無機または有機物の下引き層を有する請求項1~2記載の電子写真感光体。

3. 発明の詳細な説明

## 〔発明の目的〕

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、中心金属としてガリウムを含有するフタロシアニンを用いた電子写真感光体等に有用な光半導体材料に関し、更に詳細に言えば、優れた露光感度特性、波長特性を有する電子写真感光体に関する。

## 〔従来の技術〕

従来、電子写真感光体の感光体としては、セレン、セレン合金、酸化亜鉛、硫化カドミウムおよびテルルなどの無機光導電体を用いたものが主として使用されて来た。近年、半導体レーザーの発展は目覚ましく、小型で安定したレーザー発振器が安価に入手出来るようになり、電子写真光源として用いられ始めている。しかし、これらの装置に短波長光を発振する半導体レーザーを用いるのは、寿命、出力等を考えれば問題が多い。従って、従来用いられて来た短波長領域に感度を持つ材料を半導体レーザー用に使うには不適當であり、長波長領域（780nm以上）に高感度を持つ材料を研究する必要が生じて来た。最近是有機系の材料、特に長波長領域に感度を

持つことが期待されるフタロシアニンを使用し、これを積層した積層型有機感光体の研究が盛んに行なわれている。例えば、二価の金属フタロシアニンとしては、 $\epsilon$ 型銅フタロシアニン（ $\epsilon$ -CuPc）、X型無金属フタロシアニン（X-H<sub>2</sub>Pc）、 $\pi$ 型無金属フタロシアニン（ $\pi$ -H<sub>2</sub>Pc）が長波長領域に感度を持つ。三価、四価の金属フタロシアニンとしては、クロロアルミニウムフタロシアニン（AlPcCl）、クロロアルミニウムフタロシアニンクロライド（ClAlPcCl）、またはチタニルフタロシアニン（TiOPc）、クロロインジウムフタロシアニン（InPcCl）を蒸着し、次いで可溶性溶媒の蒸気に接触させて長波長、高感度化する方法（特開昭57-39484号、特開昭59-166959号公報）、第IV族金属としてTi、SnおよびPbを含有するフタロシアニンを各種の置換基、誘導体またはクラウンエーテルなどのシフト化剤を用いて長波長処理をする方法（特開昭59-36254号、特開昭59-204045号）により、長波長領域に感度を得ている。

また、特開昭57-148745号には、スズ、

- 3 -

アルミニウム等の金属から選ばれた金属フタロシアニンの蒸着膜を電荷発生層として作製した感光体も報告されているが、帯電性が著しく劣り、実用的ではなかった。特開昭59-44053号、特開昭60-59354号および特開昭60-260054号に中心核にガリウムを有するフタロシアニンを蒸着して電荷発生層を形成した電子写真感光体が記載されているが、電荷発生層は蒸着法でのみ使用可能であり、さらには、本発明者等が追試した結果、電子写真特性の中の重要な要求項目である帯電性および暗減衰特性が極めて不良であり、実用的な電子写真感光体ではなかった。また、従来まで報告されているガリウムフタロシアニン化合物は、凝集した粒子間に含まれる不純物が多く、結晶化の際に必ず結晶成長するため、また顔料粒子径が大きいなどのために、それらを用いて蒸着された電荷発生層は、分散安定性を欠き塗工性の低下を引き起こしていた。それにより、均質な電荷発生層を得ることが難しく、美しい画像および安定した電子写真特性を得ることは難しかった。

プリンター用のデジタル光源として、LEDも実

- 4 -

用化されている。可視光領域のLEDも使われているが、一般に実用化されているものは、650nm以上、標準的には660nmの発振波長を持っている。アゾ化合物、ペリレン化合物、セレン、酸化亜鉛等は、650nm前後で十分な光感度を有するとは言えないが、フタロシアニン化合物は、650nm前後に吸収ピークを持つため、LED用電荷発生剤としても有効な材料として使用できる。

## 〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明の目的は、優れた露光感度特性、波長特性に加え、長期にわたる繰り返し使用時の耐劣化特性、耐刷性、画像安定性を有する電子写真感光体を得ることにある。

## 〔発明の構成〕

## 〔問題点を解決するための手段および作用〕

本発明は、ブラッグ角度 $2\theta$ に、特定の強いピークを示すX線回折図を有するガリウムフタロシアニン化合物結晶粒子を用いてなる光半導体材料であり、さらには電荷発生剤および電荷移動剤を使用してなる電子写真感光体において、電荷発生剤が該ガリウムフタロシアニン化合物結晶粒子である電子写真感

光体により前記の目的を達成した。

具体的には、CuK $\alpha$ 線を用いて、X線回折図において、ブラッグ角度 ( $2\theta \pm 0.2^\circ$ ) の

(a)  $6.7^\circ$ ,  $15.2^\circ$ ,  $20.5^\circ$  および  $27.0^\circ$   
(b)  $6.7^\circ$ ,  $13.5^\circ$ ,  $16.3^\circ$ ,  $20.9^\circ$  および  $26.3^\circ$

(c)  $7.5^\circ$ ,  $9.5^\circ$ ,  $11.0^\circ$ ,  $13.5^\circ$ ,  $19.1^\circ$ ,  $20.3^\circ$ ,  $21.8^\circ$ ,  $25.8^\circ$ ,  $27.1^\circ$  および  $33.0^\circ$

(d)  $27.1^\circ$  の位置に強いX線回折ピークを有し、 $27.1^\circ$  以外のピーク強度が  $27.1^\circ$  のX線回折ピーク強度の10%以下である

(a) ~ (d) いずれかの位置または特徴を持つX線回折ピークを有するガリウムフタロシアニン化合物の一種または二種以上の混合物が選ばれる。本発明のガリウムフタロシアニン化合物は、その置換基の種類、または置換数に拘らず、前記のX線回折ピークが認められている。

従って、ブラッグ角度 ( $2\theta \pm 0.2^\circ$ ) の (a) ~ (d) の位置に明確なピークを持つガリウムフタロシアニン化合物であれば、いずれでも良く、またそれらの二種および三種以上の混合物であっても良

い。

従来報告されている結晶性粗大二次粒子を電荷発生層に含有した電子写真感光体は、光吸収効率の低下により、キャリア発生数が減少し光感度が低下する。また電荷発生層が不均一のため電荷輸送層に対するキャリアの注入効率も低下し、その結果、静電特性としては、インダクション現象が起きたり、表面電位が低下したり、繰返し使用時の電位安定性が劣る等の感光体の感度上好ましくない現象が生じる。また、画像としても均質性を欠き、微小な欠陥を生じる。

しかしながら、本発明のガリウムフタロシアニン化合物は、充分均一に微粒子化された結晶粒子であり、新規なX線回折ピークを有する電荷発生材料である。

フタロシアニンは、フタロジニトリルと金属塩化合物とを加熱融解または有機溶媒存在下で加熱するフタロジニトリル法、無水フタル酸を尿素および金属塩化合物と加熱融解または有機溶媒存在下で加熱するワイラー法、シアノベンズアミドと金属塩とを高温で反応させる方法、ジリチウムフタロシアニンと金

- 7 -

属塩を反応させる方法があるが、これらに限定されるものではない。また有機溶媒としては、 $\alpha$ -クロロナフタレン、 $\beta$ -クロロナフタレン、 $\alpha$ -メチルナフタレン、メトキシナフタレン、ジフェニルエタン、エチレングリコール、ジアルキルエーテル、キノリン、スルホラン、ジクロロベンゼンなど反応不活性な高沸点の溶媒が望ましい。

本発明で使用するガリウムを含有するフタロシアニンは、モーザーおよびトーマスの「フタロシアニン化合物」(Moser and Thomas "Phthalocyanine Compound")等の公知方法および前記の適切な方法によって得られた合成物を酸、アルカリ、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ピリジン、キノリン、スルホラン、 $\alpha$ -クロロナフタレン、トルエン、ジオキサン、キシレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロメタン、ジクロロエタン、トリクロロプロパン、N, N'-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、N, N'-ジメチルホルムアミド等により精製して得られる。精製法としては溶剤洗浄、再結晶法、ソックスレー等の抽出法、お

- 8 -

よび熱蒸餾法などがある。また、昇華精製することも可能である。精製方法は、これらに限られるものではない。

本発明のX線回折図を有するガリウムフタロシアニン化合物への結晶転移は、モーザーおよびトーマスの「フタロシアニン化合物」等に記載された公知の方法により合成されたガリウムフタロシアニンを適切な溶剤で充分洗浄すること、およびアシッドベースティングまたはアシッドスラリー法が最も良く選択される。ここで、アシッドベースティングおよびアシッドスラリー法とは硫酸中にフタロシアニン化合物を溶解した後に、水へ注入して再析出させる方法を示す。

得られた新規結晶は充分微粒子であるが、機械的摩砕法によりさらに微粒子として使用することも出来る。

また、必要があれば、食塩やほう硝等の摩砕助剤を使用することも可能である。

また、摩砕時に使用される装置としては、ニーダー、パンバリーミキサー、アトライター、エッジランナーミル、ローミル、ボールミル、サンドミル、

S P B X ミル、ホモミキサー、ディスパーザー、アジター、ジョークラッシャー、スタンプミル、カッターミル、マイクロナイザー等があるが、これらに限られるものではない。

本発明の、特定のブラッグ角度  $2\theta$  において、明確なピークを示す X 線回折図を有するガリウムフクロシアニン系化合物を用いた電荷発生層は、光吸収効率の大きな均一層であり、電荷発生層中の粒子間、電荷発生層と電荷移動層の間、電荷発生層と下引き層または導電性基板の間の空隙が少なく、繰り返し使用時での、電位安定性、明部電位の上昇防止等の電子写真感光体としての特性、および、画像欠陥の減少、耐刷性等、多くの要求を満たす電子写真感光体を得ることができる。

n 型感光体は、導電性基板上に、下引き層、電荷発生層、電荷移動層の順に積層し作成される。また p 型感光体は、下引き層上に電荷移動層、電荷発生層の順に積層したもの、または、下引き層上に電荷発生剤と電荷移動剤とを適当な樹脂と共に分散塗工し作成されたものがある。両感光体ともに必要があれば表面保護およびトナーによるフィルミング防止

等の意味でオーバーコート層を設けることも出来る。

本発明のガリウムフクロシアニン化合物は、前記各種感光体についてすべて好適に用いられる。また、電荷発生層は、ガリウムフクロシアニン化合物と樹脂とを適切な溶媒とで分散塗工して得られるが、必要であれば、樹脂を除いて分散塗工しても使用出来る。

また電荷発生層を蒸着により得ることは公知であるが、本発明により得られた材料は、微小な一次粒子まで処理され、さらに適切な溶剤によって結晶が極めて整えられているので、粒子間に存在した不純物が除去されるためにきわめて効率良く蒸着することができ、蒸着用材料としても有効である。

感光体の塗工は、スピンコーター、アプリケーション、スプレーコーター、バーコーター、浸漬コーター、ドクターブレード、ローラーコーター、カーテンコーター、ビードコーターおよび蒸着装置を用いて行ない、乾燥は、望ましくは加熱乾燥で  $40 \sim 200^\circ\text{C}$ 、10 分～6 時間の範囲で静止または送風条件下で行なう。乾燥後膜厚は  $0.01$  から  $5$  ミクロン、望ましくは  $0.1$  から  $1$  ミクロンになるように塗工さ

- 1 1 -

れる。

電荷発生層を塗工によって形成する際に用いるバインダーとしては広範な絶縁性樹脂から選択でき、またポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルピレンなどの有機光導電性ポリマーから選択できる。好ましくは、ポリビニルブチラール、ポリアリレート（ビスフェノール A とフタル酸の縮重合体など）、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリアミド樹脂、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、ポリステレン、ポリケトン樹脂、ポリ塩化ビニル、塩ビ酸ビ共重合体、ポリビニルアセタール、ポリアクリロニトリル、フェノール樹脂、メラミン樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等の絶縁性樹脂を挙げることができる。電荷発生層中に含有する樹脂は、 $100$  重量%以下、好ましくは  $40$  重量%以下が適している。またこれらの樹脂は、1 種または 2 種以上組合せて用いても良い。これらの樹脂を溶解する溶剤は樹脂の種類によって

- 1 2 -

異なり、後述する電荷発生層や下引き層を塗工時に影響を与えないものから選択することが好ましい。具体的にはベンゼン、キシレン、リグロイン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族炭化水素、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン類、メタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール類、酢酸エチル、メチルセロソルブ、などのエステル類、四塩化炭素、クロロホルム、ジクロルメタン、ジクロルエタン、トリクロルエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、およびジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類が用いられる。

電荷移動層は、電荷移動剤単体もしくは結着剤樹脂に溶解分散させて形成される。本感光体に使用される電荷移動剤は、電荷を輸送する能力のある化合物であれば、いかなる種類の化合物であっても良い。

また、電荷移動物質は、1 種または 2 種以上組合せて用いることができる。電荷移動層に用いられる

樹脂は、シリコン樹脂、ケトン樹脂、ポリメチルメタクリレート、ポリ塩化ビニル、アクリル樹脂、ポリアリレート、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスチレン、アクリロニトリル-スチレンコポリマー、アクリロニトリル-ブタジエンコポリマー、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリスルホン、ポリアクリルアミド、ポリアミド、塩素化ゴムなどの絶縁性樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピレンなどが用いられる。

塗工方法は、スピンコーター、アブリケーター、スプレーコーター、バーコーター、浸漬コーター、ドクターブレード、ローラーコーター、カーテンコーター、ビードコーター装置を用いて行ない、乾燥後膜厚は5から50ミクロン、望ましくは10から20ミクロンになるように塗工されるものが良い。これらの各層に加えて、帯電性の低下防止、接着性向上などの目的で下引き層を導電性基板上に設けることができる。下引き層として、ナイロン6、ナイロン66、ナイロン11、ナイロン610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロンなどのポリ

アミド、カゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、エチレン-アクリル酸コポリマー、ゼラチン、ポリウレタン、ポリビニルブチラールおよび酸化アルミニウムなどの金属酸化物が用いられる。また、酸化亜鉛、酸化チタン等の金属酸化物、窒化ケイ素、炭化ケイ素やカーボンブラッグなどの導電性および誘電性粒子を樹脂中に含有させて調整することも出来る。

本発明の材料は800nm以上および650nmの波長に吸収ピークを持ち、電子写真感光体として複写機、プリンターに用いられるだけでなく、太陽電池、光電変換素子および光ディスク用吸収材料としても好適である。

#### (実施例)

以下、本発明の実施例について具体的に説明する。例中で部とは、重量部を示す。

#### 実施例 1

フタロジニトリル29.1部、三塩化ガリウム10.0部をキノリン250部中で220℃で4時間加熱反応した後に、水蒸気蒸留で溶媒を除いた。次いで、アセトンで洗浄した後に、再びキノリン100部中

- 15 -

で120℃で1時間加熱攪拌し、水蒸気蒸留で溶媒を除いた後、アセトンで洗浄し、乾燥して、クロロガリウムフタロシアニン(GaPcCl)30.4部を得た。以上の方法で得たGaPcClのX線回折図を第1図に示した。ブラッグ角度( $2\theta \pm 0.2^\circ$ )の27.1°に最も強いピークを有し、7.5°、9.5°、11.0°、13.5°、19.1°、20.3°、21.8°、25.8°、27.1°および33.0°に明確なX線回折ピークを持っていた。

#### 実施例 2

フタロジニトリル29.1部、三塩化ガリウム10.0部をブチルセロソルブ750部中で攪拌する。充分攪拌した後、昇温を開始する。40~50℃まで昇温した後に、1,8-ジアザビスクロ(5,4,0)ウンデセン-7(DBU)48部を滴下して加える。さらに100℃まで昇温して、その後18時間100℃で一定で攪拌を続ける。反応後、メタノールを加えて濾過した。以上の方法で得たGaPcClのペーストをポリエチレングリコール300部中に加え、100℃で4時間攪拌する。その後、ポリエチレングリコールを充分に除去した試料を乾燥し

- 16 -

て26.3部のGaPcClを得た。本実施例のGaPcClのX線回折図を第2図に示した。ブラッグ角度( $2\theta \pm 0.2^\circ$ )の27.1°に強いX線回折ピークを有し、27.1°以外のピーク強度が27.1°のX線回折ピーク強度の10%以下のGaPcClである。

#### 実施例 3

実施例1で作製したGaPcCl2部を5℃の98%硫酸40部の中に少しづつ溶解し、その混合物を約1時間、5℃以下の温度を保ちながら攪拌する。続いて硫酸溶液を高速度攪拌した400部の氷水中にゆっくりと注入し、析出した結晶を濾過する。結晶を酸が残留しなくなるまで蒸留水で洗浄し、アセトンで精製した後、乾燥して1.8部を得た。

得られた試料のX線回折図を第3図に示す。このガリウムフタロシアニン化合物は、ブラッグ角度( $2\theta \pm 0.2^\circ$ )の6.7°、15.2°、20.5°および27.0°に明確なX線回折ピークを持っていた。

#### 実施例 4

使用する硫酸の濃度を78℃にする以外は、実施例3と同様の方法を行った。本実施例により得たガ

リウムフタロシアニン化合物のX線回折図を第4図に示す。

ブラッグ角度 ( $2\theta \pm 0.2^\circ$ ) の  $6.7^\circ$ 、 $13.4^\circ$ 、 $16.3^\circ$ 、 $20.9^\circ$  および  $26.3^\circ$  に明確なX線回折ピークを持っている。

次にこの実施例1～4のガリウムフタロシアニン化合物を、電荷発生剤として使用した電子写真感光体の作成方法を述べる。

共重合ナイロン(東レ製アミランCM-800)10部をエタノール190部とともにボールミルで3時間混合し、溶解させた塗液を、ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルム上にアルミニウムを蒸着したシート上に、ワイヤーバーで塗布した後、乾燥させて膜厚0.5ミクロンの下引き層を持つシートを得た。

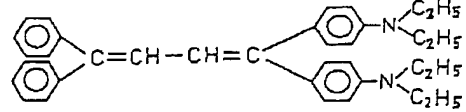
実施例1～4で得たガリウムフタロシアニン化合物2部を十分に微細化した後にTHF97部にポリビニルブチラル樹脂1部(積水化学社製B H-3)を溶解した樹脂液とともにボールミルで6時間分散した。

この分散液を下引き層上に塗布し、乾燥させた後、

0.2ミクロンの電荷発生層を形成した。

また、下引き層を持つシート上に真空蒸着法により、0.2ミクロンの電荷発生層を形成した。

次式の化合物を電荷移動剤として、電荷移動剤1部



ポリカーボネート樹脂(帝人化成御製バンライトL-1250)1部を塩化メチレン8部で混合溶解した。この液を電荷発生層上に塗布し、乾燥した後、15ミクロンの電荷移動層を形成し、電子写真特性を測定した。

感光体の電子写真特性は、下記の方法で測定した。

静電複写紙試験装置SP-428(川口電機製)によりスタティックモード2、コロナ帯電は-5.2KVで、表面電位と5Luxの白色光または1μWの800nmに調整した光を照射して、帯電量が1/2まで減少する時間から白色光半減露光量感度(E1/2)を調べた。また、分光感度は、静電帯電試験装置を用いて、感光体に-5.2KVのコロナ帯電を

- 19 -

させた後、500Wのキセノンランプを光源とし、モノクロメーター(ジョバンイボン製)で単色光として照射し、帯電露光時の光減衰で測定した。

電子写真特性の結果を第1表に示す。

第 1 表

実施例	電荷発生層	表面電位(-V)	白色光(Lux.s) 800nm	半減露光量感度E1/2 (μJ/cm²)
1	分散	700	0.9	0.40
	蒸着	670	1.0	0.41
2	分散	715	0.8	0.36
	蒸着	685	0.8	0.36
3	分散	690	0.7	0.32
	蒸着	675	0.8	0.38
4	分散	700	0.7	0.32
	蒸着	690	0.7	0.33

第1表の結果、実施例1～4の感光体は、樹脂分散系および蒸着系ともに帯電性が良く、高感度であることが確認された。

## 比較例 1

フタロジニトリル12.8部と三塩化ガリウム4.4部を300℃のマントルヒーター中のビーカー中で攪拌混合しながら反応させた。この合成物をTHFで洗浄した。以上の方法で作製したガリウムフタロシアニン化合物のX線回折図を第5図に示す。

ブラッグ角度 ( $2\theta \pm 0.2^\circ$ ) の  $7.3^\circ$ 、 $9.0^\circ$ 、

- 20 -

$16.5^\circ$ 、 $27.3^\circ$ 、 $28.4^\circ$  の位置にピークを持っている。本実施例のガリウムフタロシアニン化合物のX線回折ピークとは異なっていた。

次に、このガリウムフタロシアニン化合物を使用して実施例と同様の方法で感光体を作製して電子写真特性を測定した。

結果を第2表に示す。

第 2 表

比較例	電荷発生層	表面電位(-V)	白色光(Lux.s) 800nm	半減露光量感度E1/2 (μJ/cm²)
1	分散	320	1.5	1.2
	蒸着	285	1.4	1.0

比較例1で作製した感光体は実施例1～4の感光体に比べて、表面電位が極めて低く、感度も大幅に劣っているために、実用的ではなかった。

従って、本発明の(a)～(d)の位置に明確なX線回折ピークを持つ新規結晶を有するガリウムフタロシアニン化合物を調整することにより、表面電位および感度等の電子写真諸特性の優れた感光体を得ることが出来た。

(発明の効果)

本発明により、優れた露光感度特性、波長特性を



有する電子写真感光体を得ることが出来た。

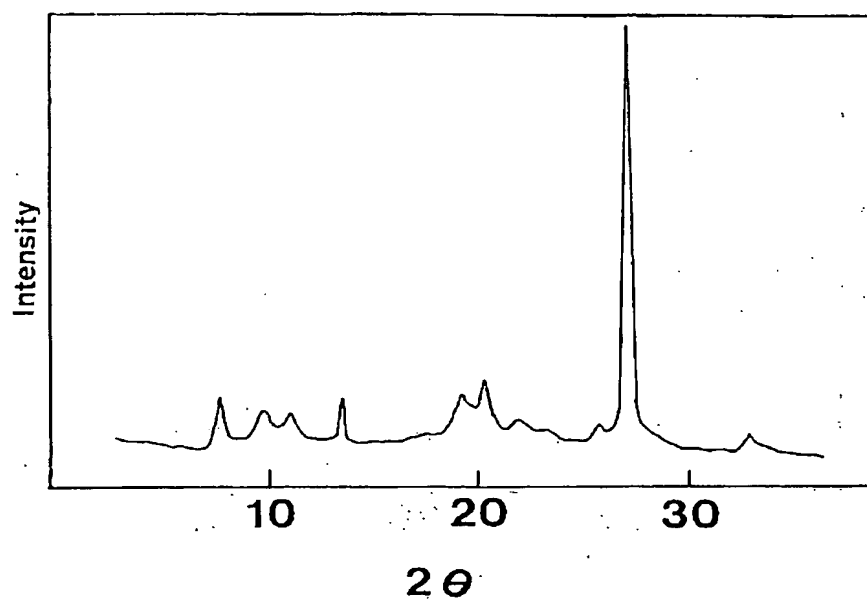
4. 図面の簡単な説明

第1～4図は、それぞれ実施例1～4で作製したガリウムフタロシアニン化合物のCu K $\alpha$ 線を用いて測定したX線回折図。第5図は、比較例1で作製したガリウムフタロシアニン化合物のX線回折図。

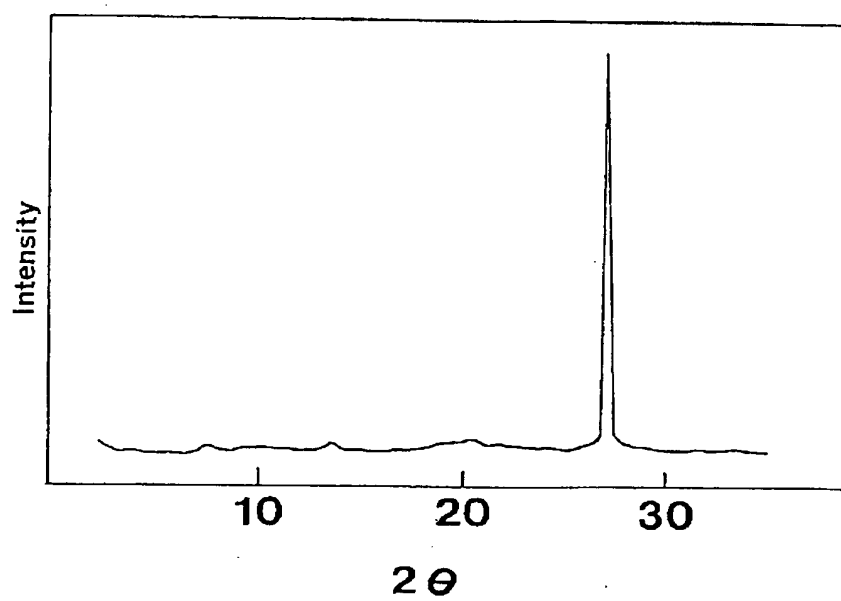
特許出願人  
東洋インキ製造株式会社

- 2 3 -

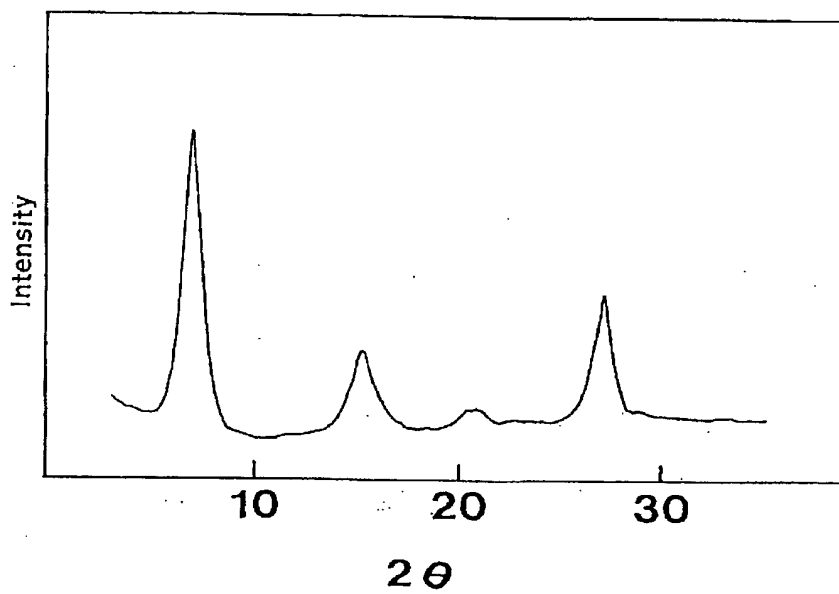
第 1 図



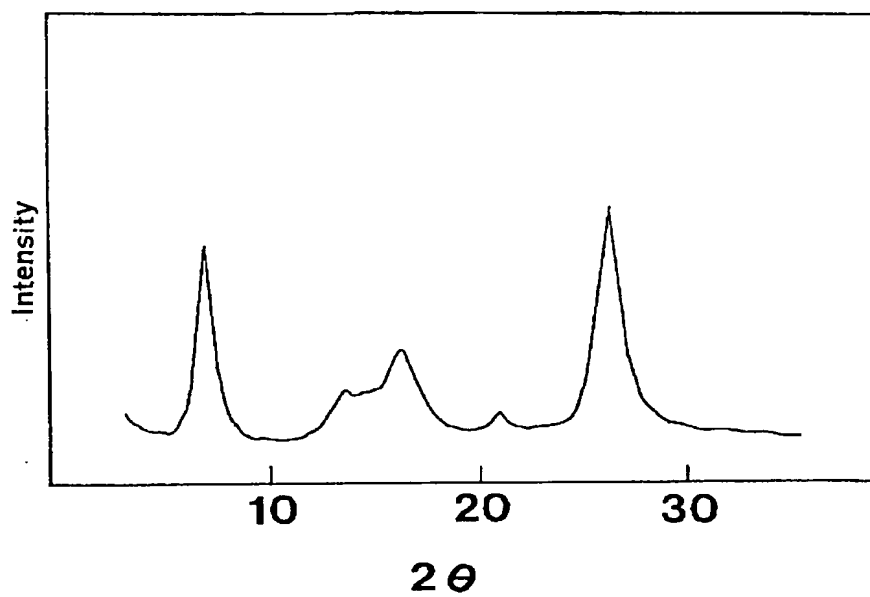
第 2 図



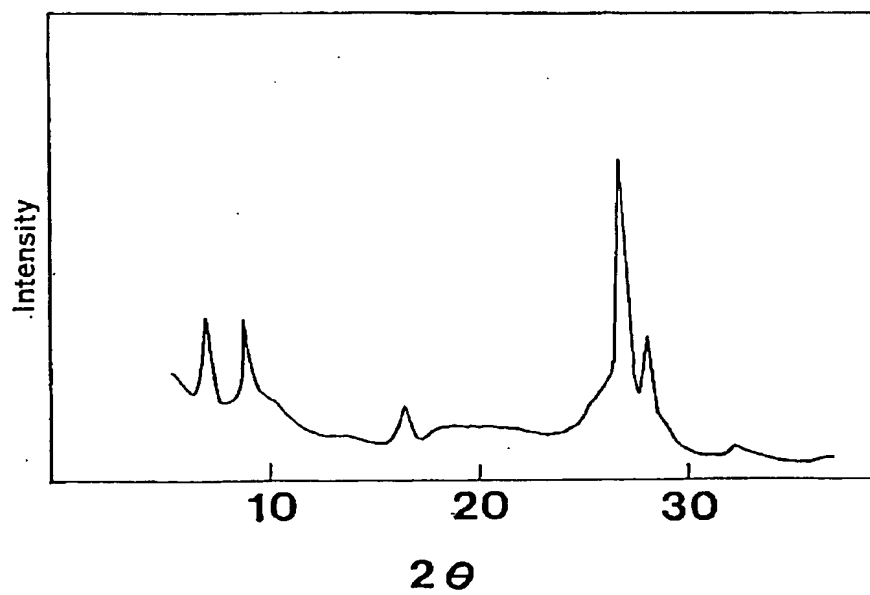
第 3 図



第 4 図



第 5 図



This Page Blank (uspto)